

РАЗРАБОТКА МЕТОДИК АНАЛИЗА ФЕРРОНИКЕЛЯ, ФЕРРОСИЛИКОЦИРКОНИЯ И ФЕРРОСИЛИКОХРОМА МЕТОДОМ АЭС–ИСП

Черникова И.И., Тюмнева К.В., Ермолаева Т.Н.

Липецкий государственный технический университет

398600, г. Липецк, ул. Московская, д. 30

Ферросплавы (ферроникель, ферросиликоцирконий, ферросиликохром) широко применяются в металлургическом производстве высококачественных сталей. Поскольку ферросплавы являются микрогетерогенными системами, перед анализом требуется переведение пробы в раствор. Разработаны методики определения нормируемых элементов в ферроникеле, ферросиликоцирконии и ферросиликохроме методом АЭС ИСП после разложения проб в автоклавах в условиях микроволнового нагрева. Установлены составы кислотных смесей для вскрытия проб, а также температурно-временные параметры нагрева автоклавов, обеспечивающие количественное переведение проб ферросплавов в раствор без потерь определяемых элементов (см. таблицу).

Условия микроволнового разложения ферросплавов

Объект анализа	Определяемые элементы	Состав реакционной смеси	Параметры микроволнового нагрева	Время разложения
FeNi	Ni, Fe, Co, Cu, As	5 мл HNO ₃ (1:1) + 2 мл H ₂ SO ₄	Одноступенчатый нагрев до 110 °С	8,5 мин
FeSiZr	Zr, Si, Al, P, Cu	2 мл HNO ₃ + 1 мл HF	Одноступенчатый нагрев до 110 °С	8 мин
FeSiCr	Cr, Si, P	I этап: 2 мл HCl + 1 мл HF + 1 мл H ₂ SO ₄ ; II этап: +2 мл HNO ₃	I этап: Двухступенчатый нагрев до 160 °; II этап: Одноступенчатый нагрев до 100 °С	23 мин

При построении градуировочных графиков для атомно-эмиссионного определения элементов использовали зависимость суммарных значений интенсивностей двух выбранных длин волн от концентрации аналита. Для повышения прецизионности определение Ni и Co в ферроникеле, Si и Cr в ферросиликохроме проводили методом внутреннего стандарта, в качестве которого использовали кадмий. Проверка правильности результатов измерений, полученных с использованием ГСО ферросплавов (Ф41, Ф276 и Ф246) и путем сравнения результатов, полученных стандартными методами, не выявила значимых систематических погрешностей. Разработанные методики определения основных и примесных элементов в исследуемых ферросплавах позволяют сократить общее время проведения анализа в 6-10 раз, минимизировать количество применяемых реактивов и существенно снизить трудоемкость анализа.